

POWERED BY **Dialog**

**New single crystal nickel super alloy articles e.g. turbine blades - contain chromium, cobalt, molybdenum, tungsten, rhenium, ruthenium, aluminium, titanium, tantalum and hafnium**  
**Patent Assignee:** GARRETT CORP; ALLIED-SIGNAL INC  
**Inventors:** NGUYEN-DINH X; NGUYENDINH X

**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
EP 246082	A	19871119	EP 87304246	A	19870513	198746	B
JP 62267440	A	19871120	JP 87106143	A	19870428	198801	
US 4935072	A	19900619	US 88177793	A	19880407	199027	
EP 246082	B	19910123				199104	
DE 3767557	G	19910228				199110	
ES 2019636	B	19910701				199131	
CA 1315572	C	19930406	CA 533715	A	19870402	199319	
JP 2782340	B2	19980730	JP 87106143	A	19870428	199835	

**Priority Applications (Number Kind Date):** US 86862865 A ( 19860513); US 88177793 A ( 19880407)

**Cited Patents:** EP 150917 ; EP 225837 ; FR 2374427

**Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
EP 246082	A	E	40		
Designated States (Regional): DE ES FR GB IT SE					
US 4935072	A		12		
EP 246082	B				
Designated States (Regional): DE ES FR GB IT SE					
JP 2782340	B2		13	C22C-019/05	Previous Publ. patent JP 62267440
CA 1315572	C			C22C-019/05	

**Abstract:**

EP 246082 A

Ni superalloy single crystal article has the compsn. (in wt.%) Cr 4-6, pref. 4.6-5.6; Co 8-12, pref. 9.7-10.3; Mo 1-2.5, pref. 1.4-2.0; W 3-6, pref. 4.8-5.2; Re 1.8-3.2, pref. 2.8-3.2; Al 5-6, pref. 5.3-5.7; Ti 0.5-1.5, pref. 0.5-1.0; Ta 7-10 pref. 8-9; Hf 0.08-0.12 and balance Ni. Alloy opt. contains Ru 2.5 max.; Mo+W+Re =8.4-10.4; Al+Ti+Ta= 13.8-15.7; and V, C, B and Zr are absent.

Specifically, the alloy contains (in wt.%): Cr 4.8, Co 10, Mo 1.5-2.1, W 4.8, Re 2.9, Al 5.2-5.5, and Hf 0.1; Al+Ti+Ta=15.0 max. Article formed has a microstructure comprising a distribution of gamma prime particles in a gamma matrix. USE/ADVANTAGE - As turbine vanes and blades (claimed). Prods. have excellent high temp. properties and stability, including oxidn. and corrosion resistance, and are easily made using existing techniques. In an example, an article obtd. from the above specific alloy had a stress rupture life of 230 hrs. (1800 deg.F - 36000 psi) and 318 hrs. (2000 deg.F - 18000 psi) compared to 80-120 hrs. and 84-130 hrs. respectively for prior art alloys.

0/4

EP 246082 B

A nickel-base superalloy single crystal article, characterised in that the alloy compsn. in wt. % consists of from about 4.6 to about 5.6% chromium, from about 9.7 to about 10.3% cobalt, from about 1.4 to about 2.0% molybdenum, from about 4.8 to about 5.2% tungsten, from about 2.8 to about 3.2% rhenium, from about 5.0 to about 5.7% aluminium, from about 0.5 to about 1.1% titanium, from about 8.0 to about 9.0% tantalum, from about 0.08 to about 0.12% hafnium, balance being nickel, wherein the sum of molybdenum plus tungsten plus rhenium is about 8.4 to from about 10.4% and the sum of aluminium plus titanium plus tantalum is about 13.8 to about 15.7%, the article being free of vanadium, carbon, boron and zirconium, other than as impurities at trace level. (17pp)

US 4935072 A

Ni-base single-crystal superalloy contains (wt%) 4-6, pref. 4.6-5.6 Cr; 8-12, pref.9.7-10.3 Co; 1-2.5, pref. 1.4-2.0 Mo; 3-6, pref.4.8-5.2 W; 1.8-3.2, pref. 2.8-3.2 Re; 0-2.5 Ru; 5-6, pref. 5.3-5.7 Al; 0.5-1.5, pref. 0.5-1.0 Ti; 7-10, pref. 8.0-9.0 Ta; 0.08-0.12 Hf; balance Ni. Sum of Mo + W + Re is 8.4-10.4 and sum of Al + Ti is 13.8-15.7, while the alloy is free from C, B, and Zr. Microstructure is of gamma prime particles in a gamme matrix.

USE/ADVANTAGE - Gas turbine vane or blade, with excellent elevated temp. mechanical properties, stability, and corrosion resistance. (12pp)a

Derwent World Patents Index

© 2005 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 7325715

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-267440

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和62年(1987)11月20日

C 22 C 19/05

C-7518-4K

審査請求 未請求 発明の数 3 (全15頁)

⑬ 発明の名称 単結晶合金製品およびその製造方法

⑰ 特 願 昭62-106143

⑱ 出 願 昭62(1987)4月28日

優先権主張 ⑲ 1986年5月13日 ⑳ 米国(US)㉑ 862865

⑳ 発 明 者 ジュアン ニュイエ アメリカ合衆国 アリゾナ州 85258 スコッツデール  
ン・デーン イー、ピア リンダ 2025 10255㉒ 出 願 人 ザ ギヤレット コー アメリカ合衆国 カリフォルニア州 90009 ロス アン  
ポレーション ジェルス セバルベード ブーラバード 9851

㉓ 代 理 人 弁理士 高山 敏夫

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

単結晶合金製品およびその製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 実質的に4～6重量%のクロム、実質的に8～12重量%のコバルト、実質的に1～2.5重量%のモリブデン、実質的に3～6重量%のタングステン、実質的に1.8～3.2重量%のレニウム、実質的に0～2.5重量%のルテニウム、実質的に5～6重量%のアルミニウム、実質的に0.5～1.5重量%のチタン、実質的に7～10重量%のタンタル、実質的に0.08～0.12重量%のハフニウム、残りがニッケルでなり、モリブデンとタングステンとレニウムとの和が実質的に8.4～10.4重量%で、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が実質的に1.38～15.7重量%であり、且実質的にバナジウム、炭素、ほう素並びにジルコニウムが含まれていないことを特徴とする単結晶合金製品。

2. 製品がタービンの羽根である特許請求の範囲

第1項記載の単結晶合金製品。

3. 製品がタービンの翼である特許請求の範囲第1項記載の単結晶合金製品。

4. 微細構造としてガンマ相母材内にガンマ・プラ임相粒子が分布されてなる特許請求の範囲第1項記載の単結晶合金製品。

5. 実質的に4.6～5.6重量%のクロム、実質的に9.7～10.3重量%のコバルト、実質的に1.4～2.0重量%のモリブデン、実質的に4.8～5.2重量%のタングステン、実質的に2.8～3.2重量%のレニウム、実質的に5.3～5.7重量%のアルミニウム、実質的に0.5～1.0重量%のチタン、実質的に8.0～9.0重量%のタンタル、実質的に0.08～0.12重量%のハフニウム、残りがニッケルでなり、モリブデンとタングステンとレニウムとの和が実質的に8.4～10.4重量%であり、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が実質的に1.38～15.7重量%であり、且実質的にバナジウム、炭素、ほう素並びにジルコニウムが含まれていないことを特徴とする単結晶合金製品。

6. 製品がタービンの羽根である特許請求の範囲第5項記載の単結晶合金製品。

7. 製品がタービンの翼である特許請求の範囲第5項記載の単結晶合金製品。

8. 微細構造としてガンマ相母材内にガンマ・ブライム相粒子が分布されてなる特許請求の範囲第5項記載の単結晶合金製品。

9. 実質的に4.8重量%のクロム、実質的に10.0重量%のコバルト、実質的に1.5～2.1重量%のモリブデン、実質的に4.8重量%のタングステン、実質的に2.9重量%のレニウム、実質的に5.2～5.5重量%のアルミニウム、実質的に0.10重量%のハフニウム、残りがニッケルであり、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が実質的に15.0重量%を超えない特許請求の範囲第5項記載の単結晶合金製品。

10. 実質的に4～6重量%のクロムと、実質的に8～12重量%のコバルトと、実質的に1～2.5重量%のモリブデンと、実質的に3～6重量%のタングステンと、実質的に1.8～3.2重量%のレ

製品をガンマ・ブライム相の溶解温度より低い温度でエージング処理する工程とを包有してなる特許請求の範囲第10項記載の製造方法。

14. 単結晶合金製品に保護被膜を施す工程を包有してなる特許請求の範囲第10項記載の製造方法。

15. 単結晶合金製品の主軸を実質的に結晶配向(001)に対し平行にしてなる特許請求の範囲第10項記載の製造方法。

### 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はニッケルを主成分とする合金製品、特に高温雰囲気長時間さらされても不都合な相の生成を抑制可能な単結晶合金製品およびその製造方法に関する。

ジェットエンジンあるいはターボプロットエンジンの性能はエンジンに用いられるガスタービンの羽根若しくは翼における高温特性の制約を受ける。航空機のガスタービンあるいは動力装置では、燃料とエヤが混合されて燃焼され、燃焼により生

ニウムと、実質的に0～2.5重量%のルテニウムと、実質的に5～6重量%のアルミニウムと、実質的に0.5～1.5重量%のチタンと、実質的に7～10重量%のタンタルと、実質的に0.08～0.12重量%のハフニウムとすると共に残りをニッケルにし、モリブデンとタングステンとレニウムとの和を実質的に8.4～10.4重量%にし、アルミニウムとチタンとタンタルとの和を実質的に13.8～15.7重量%にし、実質的にバナジウム、炭素、ほう素およびジルコニウムを含めない合金を作成する工程と、この合金から単結晶合金製品を作成する工程とを包有してなる単結晶合金製品の製造方法。

11. タービンの羽根として作成してなる特許請求の範囲第10項記載の製造方法。

12. タービンの翼として作成してなる特許請求の範囲第10項記載の製造方法。

13. ガンマ・ブライム相の溶解温度より高い温度で作成した単結晶合金製品を溶液処理する工程と、製品を冷却し過飽和状態の母材を生成する工程と、

成した熱ガスが羽根の翼に衝突され、これにより羽根が回転せしめられる。タービン羽根は回転ディスクに装着されており、ディスクの回転に伴いエヤがエンジン内に導入され、ターボプロットエンジンの場合プロペラが回転される。従つてガスタービンの羽根若しくは翼は、高温、高負荷、強酸化、強腐蝕、強疲労等の極めて苛酷な環境下で作動されることになり、この環境において十分な耐性を持たせる必要がある。タービンの羽根若しくは翼はエンジンの心臓部であり、その性能を僅かに改善してもエンジンの性能、経済性および寿命に大きく寄与する。

(従来の技術)

このため従来羽根若しくは翼に用いられる材料の改善に多額の努力が払われてきた。昨今の航空用エンジンに用いられるタービンの羽根若しくは翼はニッケルおよびコバルトを主成分とする合金で作られており、高温雰囲気における作動特性に優れている。この合金の微細な構造においては多様な方向に配向される多数の小さな粒子が含まれ

る。高温雰囲気では、粒子が互いに摺り合いクリープ変形が生じ勝ちになるが、この合金では粒界を強化することにより、クリープ変形を抑止することが企図されている。一方現在単結晶合金を用いて羽根若しくは翼全体を製造することが可能になっている。当該単結晶合金では従来品の如く粒界を強化する元素を除去して高温特性を改善している。

( 発明が解決しようとする問題点 )

タービンの羽根若しくは翼の高温性能をより改善すべく、羽根若しくは翼の如き部材に用いられる合金の高温における安定性について更に関心が向けられているが、この種の合金は高温に対し主に合金の製造過程における凝固中あるいは高温雰囲気における使用中に脆弱な相が生成されると不安定になる。このような脆弱でもろい相の一にシグマ相が挙げられ、このシグマ相が生成された場合合金部材は脆弱化することが知られている。即ち、この脆弱化により羽根若しくは翼の寿命が短くなる。

( 問題点を解決するための手段 )

本発明によれば、ニッケルを主成分とする単結晶製品の配合が実質的に4～6重量%のクロム、実質的に8～12重量%のコバルト、実質的に1～2.5重量%のモリブデン、実質的に3～6重量%のタングステン、実質的に1.8～3.2重量%のレニウム、実質的に0～2.5重量%のルテニウム、実質的に5～6重量%のアルミニウム、実質的に0.5～1.5重量%のチタン、実質的に7～10重量%のタンタル、実質的に0.08～0.12重量%のハフニウム、残りがニッケルにされ、モリブデンとタングステンとレニウムとの和が実質的に8.4～10.4重量%にされ、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が実質的に13.8～15.7重量%にされ、実質的にバナジウム、炭素、ほう素並びにジルコニウムを含めないものとされる。且当該単結晶製品はタービンの羽根若しくは翼となり得、好ましくはガンマ・ブライム相粒子がガンマ相母材内に分布される如き微細構造を持つ。

本発明の更に好適な実施例によれば、実質的に

従ってタービンの羽根若しくは翼のような製品に用いる単結晶合金を改善し、同時にこのような製品の有効な製造法を見い出すことが望まれている。単結晶製品は、高温下における強度、延性、耐疲労性および耐クリープ性に優れ、金属学上の安定性および耐環境性(例えば耐酸化性および耐腐蝕性)に勝るものにすることが必要である。また製品の製造に関しては既存の製造法、例えば単結晶成長法、熱処理法および塗布法等により作成可能にする必要がある。

本発明の目的はこれらの条件を満足し得る単結晶合金製品およびその製造法を提供するにある。

本発明によれば高温下における機械的特性が優れ特にタービンの羽根若しくは翼に好適に使用されるニッケルを主成分とした単結晶合金製品が提供される。本発明による製品は高温下においても優れた安定性を有し且耐酸化性および耐腐蝕性も良好にされ、且溶解、単結晶成長、熱処理、塗布積層等の既存の製造法を採用して容易に作成され得る。

4.6～5.6重量%のクロム、実質的に9.7ないし約10.3重量%のコバルト、実質的に1.4～2.0重量%のモリブデン、実質的に4.8～5.2重量%のタングステン、実質的に2.8～3.2重量%のレニウム、実質的に5.3～5.7重量%のアルミニウム、実質的に0.5～1.0重量%のチタン、実質的に8.0～9.0重量%のタンタル、実質的に0.08～0.12重量%のハフニウム、残りがニッケルとなり、モリブデンとタングステンとレニウムとの和が実質的に8.4～10.4重量%でアルミニウムとチタンとタンタルとの和が実質的に13.8～15.7重量%であり、実質的にバナジウム、炭素、ほう素およびジルコニウムを含めない単結晶合金製品およびその製造方法が提供される。

本発明の最適の実施例によれば、実質的に4.8重量%のクロム、実質的に10.0重量%のコバルト、実質的に1.5～2.1重量%のモリブデン、実質的に4.8重量%のタングステン、実質的に2.9重量%のレニウム、実質的に5.2～5.5重量%のアルミニウム、実質的に0.5～1.1重量%のチタン、

実質的に8.0～9.0重量%のタンタル、実質的に0.10重量%のハフニウム、残りがニッケルであり、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が実質的に15.0重量%を超さず、実質的にバナジウム、炭素、ほう素およびジルコニウムを含まない単結晶合金製品が提供される。本発明の単結晶合金製品は特に安定性および特性が優れている。

本発明の他の実施態様によれば、上記配合成分でなる合金を作成する工程と、この合金から単結晶合金製品を作成する工程とを包有してなるニッケルを主成分とする単結晶製品の製造法が提供される。この製造工程において単結晶金属製品は次に所望の合金配合物のガンマ・ブライム相の溶融温度より高い温度で、溶液熱処理され、更にガンマ・ブライム相粒子がガンマ相母材内に分布された微細構造を持つようエージング処理される。また必要に応じて単結晶金属製品に保護被覆を施し得る。

#### (作用)

本発明の単結晶合金製品によればガンマ・ブ

ラ相粒子がガンマ相母材内に分布されるような微細組織をとり得るから、高温での機械的特性および耐環境性、更には相安定性が優れていて特にタービンの羽根若しくは翼に好適に使用され得る。またこのようなタービンの部品は周知の製造方法により作成可能であり、更に耐酸化性および耐腐蝕性の被覆を施すことができる。加えて本発明の単結晶合金製品は溶液処理およびエージング処理されて良好な機械的特性を保持するような最適の組織にされる。

(実施例)

第1図には、例えばガスタービンエンジンに使用されるタービンの羽根10のようなニッケルを主成分とした単結晶スーパーアロイからなる製品が図示されている。羽根10にはタービンホイール(図示せず)に固設される基部12と熱ガス流と衝突する翼部14とが包有される。羽根10上には通常、厚さ千分の数インチ(約0.0254～約0.0762)で耐酸化性および耐腐蝕性の金属又は非金属製の薄い被覆体が形成され得るが、本発明の顕著な特徴は

#### (実施例)

基部12の、特にターボホイールと接する部分に形成されることもある。このように製品が完全な単結晶である場合に比べて、正常な工業的製造および使用において見られるような僅かの不規則性は本明細書で用いる用語「単結晶」のカテゴリー内に含まれるものとする。

タービンの羽根10のような本発明の製品においては、少なくとも翼部14の部分が単結晶金属で形成されることになる。本明細書で用いる用語「単結晶合金製品」とは、実質的に全体の荷重を支承する部分が単結晶の配向を示し高角粒界が実質的に存在しない合金製品を指す。傾斜粒界若しくは振れ粒界のような低角粒界は存在しないことが好ましいが、この単結晶合金製品内に多少存在するものも含まれるものとする。当該低角粒界は単結晶合金製品の凝固若しくは形成後、あるいはクリープ処理等の変形処理中に生じる製品の変形後に生じる場合が多い。

他に小さな不規則性があつても用語「単結晶」のカテゴリーに含まれるものとする。例えば小領域の高角粒界が被覆と基材との相互拡散時および製品が熱処理を受ける間に被覆直近において形成されることもある。この小領域の高角粒界は基部

更に第2図を参照するに完成された製品の単結晶の微細構造の写真が示されており、当該製品は通常主に母材内に形成される2相の沈澱部からなることが理解されよう。この製品の微細構造においては、製品の凝固中に生成され、後続の熱処理工程中に除去されなかつた少量の共融領域が含まれる。この共融領域における結晶の配向は母材の結晶の配向と同一ではない。従つて低角粒界若しくは孤立した多結晶の小領域が存在し、また小さな体積分率の共融領域が単結晶内に存在することになるが、これもやはり「単結晶」であるものとする。

しかして本発明の製品は本明細書で定義されるような単結晶材で構成することを顕著な一特徴と

する。ガスタービンの構成部材のような高温で用いられる周知の多結晶製品にあつては、特に粒子間即ち結晶間の粒界の強化および粒子の強化に主眼を置いていたが、本発明による製品は単結晶からなるので、製品の合金成分自体が大巾に変更されることになる。この単結晶製品には実質的に粒界が存在しないからその強化も不要である。この場合本発明の単結晶製品の配合が単結晶の作成および使用するために最適化されることが望ましい。

尚詳述するに過去、ガスタービンの初期の開発段階では、ガスタービンの羽根若しくは翼が比較的低温における使用を前提として鍛造法あるいは通常の鍛造法により作成されており、この羽根若しくは翼は多結晶粒子構造をなしている。この場合ガスタービンの性能は高温において使用することにより上昇するので、ガスタービンの性能を改善する一法として多結晶粒子構造に耐熱性を持たせるべく、粒子構造の破損を低減するように粒子構造を強化することが行なわれている。そこで従来の鍛造構造においては粒子の少ない製品を製造

する方法、即ち粒子間の境界換言すれば粒界が主応力軸に対し平行に整合していて横粒子が生ずることを除去するような煩雑な方法がとられていた。

これに対し昨今の鍛造法にあつては、多結晶部材に比べ高温での使用耐性の高い単結晶部材が作成されている。この場合単結晶部材の結晶は熔融金属を固形部材に鍛造する際直線的に、あるいは多結晶構造を単結晶構造に転移させる固体転移法により得られる。前者の直接的な鍛造法は凝固中の単結晶生成速度が早い点で好ましく、従つて後者の転移法に比べ経済的であり、より完全な単結晶合金製品が得られる。

本発明においては単結晶合金製品の好ましい作成法として以下に説明するような勾配凝固法が採用される。この場合好適に配合した熔融金属を、実質的に最終的な作成部材に相応する所望の形状を持った耐熱性でセラミック製の型内に注入する。次に型および型に入れた熔融金属を炉、誘導加熱コイルあるいは他の加熱装置内に置いて加熱し、次に徐冷する。このとき型に対し設置される冷却

部に隣接した型内の部分の金属が先ず、最初に凝固し、冷却を続けることにより凝固した金属と熔融金属との境界線が次第に移動する。このとき勾配凝固は、型的一端部に隣接して冷却ブロックを置き、次に加熱源を切り型および熔融金属を徐冷することにより達成される。他の方法としては、型および熔融金属を加熱源より徐々に離間させる構成もととり得る。

ある結晶配向、例えば(001)は勾配凝固中、他を閉め出して成長し単粒子が製品全体を占めることになり、製品の主軸がこの結晶配向(001)に対し平行にされる。一方単結晶の配向速度を促進させ、製品の实質的に全てを同一の単結晶配向にする方法は既に提供されており、本発明において適宜採用し得る。例えば米国特許第4,412,577号には、単結晶開始材を最初に凝固する金属に隣接して位置させ、金属を開始材と同一の向きに配向させる播種法が挙げられる。また他の例として、米国特許第3,494,709号に開示されるような幾何的選択法が挙げられる。

単結晶を生成する更に他の方法、例えば遊動ゾーン法も本発明に適用でき、この場合熔融ゾーンが多結晶製品の金属内に形成されて可動凝固前線が形成される。また固体法も採用でき、この場合多結晶固体部材が固体状の単結晶に転移されるが、この固体法は通常転移速度が遅く且単結晶も相対的不完全であるから、高度に完全な単結晶合金を求めるときは不適當である。

本発明の単結晶合金製品の配合は、重量%で約4～約6%のクロム、約8～約12%のコバルト、約1～約2.5%のモリブデン、約3～約6%のタングステン、約1.8～約3.2%のレニウム、約0～約2.5%のルテニウム、約5～約6%のアルミニウム、約0.5～約1.5%のチタン、約7～約10%のタンタル、約0.08～約0.12%のハフニウム、残りは全体が100%となるようなニッケルとなる。また配合物において、モリブデンとタングステンとレニウムとの和が約8.4～約10.4重量%、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が約13.8～約15.7重量%にされる。このように配合された単

結晶合金製品の微細構造にはバナジウム、炭素、ほう素およびジルコニウムを実質的に含めないように構成される。

この配合の合金元素は、最終的な製品の物理的および化学的特性が最適化され、且製品の使用中この特性を留保するよう選択される。この合金元素の選択時に特に勘案する点は、クリープ強度および相安定性を保てるように単結晶製品の強化構造を最適化することにある。製品の熱処理後の好ましい構造においては第2図に示される如く母材中に沈澱物がアレイ状に形成される。母材はニッケルであり、各種の固溶体強化元素を添加して強化する。即ちガンマ相を形成することになる。大半の元素はニッケルに対し少なくとも一部固溶溶解できるが、モリブデン、タングステンおよびレニウムは有用な固溶体強化元素であり、所定量使用しても他の特性にそれほど悪影響を及ぼさず、実際所望の特性を向上できる。モリブデンは約1～約2.5重量%、タングステンは約3～約6重量%、およびレニウムは約1.8～約3.2重量%含ま

単結晶合金製品の強度は、固溶体強化の他に、母材中に沈澱物を存在させることにより強化される。沈澱物はニッケル、アルミニウム、チタン、タンタルの化合物であり、ガンマ・プライム(gamma-prime)相をなし、化学式  $Ni_3(Al, Ti, Ta)$  で表わされる。ガンマ・プライム相の体積分率は好ましくは約65～約70容積%の範囲内で高レベルに維持されることが望ましい。

この量のガンマ・プライム相を得るためには、アルミニウムは約5～約6重量%、チタンは約0.5～約1.5重量%およびタンタルは約7～約10重量%含まれる。ガンマ・プライム相を作る元素が少量使用されたときは、ガンマ・プライム相沈澱物の体積分率が低くなり、その結果引張強度およびクリープ強度が許容レベル以下になる。また逆にガンマ・プライム相を作る元素が多量に使用されたときは、共融ガンマ・プライム相の体積分率が高くなり過ぎる。共融ガンマ・プライム相は溶融温度を押える元素と混合され、極めて合金にし易いので、このような合金は共融ガンマ・

れる。これらの固溶体強化元素の和は約8.4～約10.4重量%に選定する必要がある。これらの元素を加入し過ぎると、母材の強度が低下する。またこれらの元素を過度に加入すると、高温での耐腐蝕性および耐酸化性が低下する。

レニウムの添加は沈澱物の大きさを均一化し、ガンマ相母材の強度が改善される利点もある。更にレニウムにより、高温下で長時間に亘る使用におけるガンマ相母材のクリープ強度が改善され、沈澱物の粗粒化速度が遅延される。またレニウムの替わりにルテニウムを使用することもできる。一方ルテニウムはレニウムと同等の強化元素ではないので、添加量をレニウムの添加量より多くして所定の強度を得る必要がある。一方レニウムに比べルテニウムの密度は低く、現在の所単価も低いので、レニウムの替わりにルテニウムを多量に用いる方がコスト上の点で好ましい。

且またレニウムに比べ、ルテニウムを使用した場合不都合なシグマ相(以下に詳述する)の生成が阻まれ得る。

プライム相の全部または大半を溶解する溶解熱処理が困難となる。このため単結晶製品としての合金に所定の強度を付与し得ない。合金中のタンタル成分量は合金の破断寿命を向上するためレニウムを含む単結晶合金製品で用いた量以上に増加される。またタンタル含有量を高くすることは、ガンマ・プライム相沈澱物の所望の体積分率を維持するために有効であり、同時に例えば鋳造品の共融相の体積分率を約15容積%以下に保持し得る。

アルミニウムとチタンとタンタルとの和は約13.8～約15.7重量%の範囲内に維持される。この範囲より低い値にすると、ガンマ・プライム相を形成する元素が充分に得られず、ガンマ・プライム相沈澱物の体積分率が低くなり、これに伴い強度も低下する。またガンマ・プライム相を構成する元素の含有量を過度に高い値にすると、高温処理中シグマ相、即ち脆弱でもろい沈澱物が生成され望ましくない。モリブデンとタングステンとレニウムとの和を約8.4～約10.4重量%に、またアルミニウムとチタンとタンタルとの和を約



13.8 ～ 約 15.7 重量%に同時に制限すると、得られる製品のクリープ強度と化学的安全性が共に最適化され、高温下において長時間晒されても不都合なシグマ相が生成されないことが判明している。

クロムの含有量は約 4 ～ 約 6 重量%にされる。クロムにより、ガスタービンの硫黄を含む熱ガス内での耐腐蝕性および耐酸化性が向上される。このように製品自体に耐腐蝕性および耐酸化性等の耐環境性を持たせることは、保護膜を塗布するときであつても望ましい。クロムの含有量を上記の範囲より低くし過ぎると、耐環境性が悪くなり、また逆に高くし過ぎると、もろいシグマ相が生成され易くなり望ましくない。

コバルトの含有量は約 8 ～ 約 12 重量%にされる。上記の範囲は一般にニッケルを主成分とする単結晶製品のコバルト含有量に比べ高い。コバルトにより、上記のクロムおよびレニウムを含むシグマ相の生成が抑止される。コバルトの含有量を上記の範囲より低くし過ぎると、このシグマ相生成抑止効果が不充分となり、一方高くし過ぎると

温度が下がる。ハフニウムも上述の如く粒界強化元素の一つとして考えられていたが、本発明では別の目的で使用される。高温下での耐環境性を改善するため本発明においてバナジウムは使用しない。このような不都合な元素は単結晶製品の特性に悪影響を及ぼさない範囲の極めて微量の不純物として存在するだけである。

他の合金元素の含有量もニッケルを主成分とする周知の単結晶合金製品と異なるよう変更している。モリブデンとチタンとの和は相安定性を高め、以下に説明する方法で熱処理可能になるように低減せしめる。これに伴い合金の溶融温度が低下することになる。

鑄造性を良好にするためタングステンのタンタルに対する含有比も、周知のレニウムを含む合金に比べ低減する。この比を高くすると、鑄造品の表面にはん点ができ易くなり、またこの比を低くすると逆の効果が生じる。且この比を下げるため本発明の合金には従来の合金よりタングステンの含有量を低減し、タンタルの含有量を増加する。

ガンマ相母材内にガンマ・ブライム相沈澱物が溶解され易くなり望ましくない。このようにガンマ・ブライム相沈澱物が溶解されていくと、ガンマ・ブライム相沈澱物の体積分率が減少され、このため製品の強度も低下してしまう。一方所定量の他の合金元素と組み合わせることにより比較的多量にコバルトを添加しても製品に悪影響を及ぼさないことが判明している。

ハフニウムの含有量は約 0.08 ～ 約 0.12 重量%にされる。ハフニウムはこれまで粒界強化元素と考えられており、従つて従来の単結晶合金製品から除くことが好ましいものとされていたが、ハフニウムにより耐酸化性が向上することが判明した。このため所定量の他の合金元素と組み合わせてハフニウムを所定量含ませることにより合金製品の耐環境性が最適化され得る。

炭素、ほう素、ジルコニウム等の他の粒界強化元素は、専ら粒界強化のみに必要であり、本発明では使用されない。この粒界強化元素が含有されると脆弱でもろい沈澱物が生成され、合金の溶融

合金元素の含有量を所定の量に選択することにより、鑄造単結晶合金製品の熱処理性が向上する。本発明の単結晶合金製品を作成する方法によれば、所望の配合の合金<sup>の</sup>作られ次にこの合金から単結晶合金が生成される。これにより得られた単結晶の微細組織は仮にそれ以上の処理を施さない状態でも各種サイズのガンマ・ブライム相沈澱物を含む。更に溶液処理およびエージング熱処理が行なわれる、即ちガンマ・ブライム相沈澱物内の材料を溶液熱処理でガンマ相母材内に溶解し、次いで低温下のエージング処理で沈澱せしめる。

ガンマ・ブライム相を溶液内に置くため、単結晶をガンマ・ブライム相の溶解温度より高く、合金の溶融温度より低いレベルまで加熱する。溶融温度(配合物が溶融を開始する温度)は溶解温度より充分高くせしめ、このため単結晶を溶解温度と溶融温度との間の範囲まで加熱し、ガンマ・ブライム相沈澱物をガンマ相母材内に溶解させるに充分長い時間そのまま維持する。例えば、溶解温度と溶融温度との差がわずか約 5°F (約 2.8°C)

である場合、既存の熱処理装置を用いてガンマ・ブライム相沈澱物を溶解するため数時間の間単結晶製品をこのような小さな範囲内に維持することは實際上困難である。溶解温度は通常約  $2,400 \sim 24,500^{\circ}\text{F}$  (約  $1300 \sim 13600^{\circ}\text{C}$ ) であり、従つて市販の熱処理装置で数度の範囲内に正確に制御することは極めて困難である。従つて溶解温度をガンマ・ブライム相沈澱物の溶解温度より少なくとも約  $15^{\circ}\text{F}$  (約  $8.3^{\circ}\text{C}$ ) 以上にするのが好ましい。

溶解温度および溶解温度は共に合金に含まれる元素の含有量を変更することにより変化する。一般に、合金元素の含有量が多くなると、溶解温度が低下し、溶解温度に近付くので、産業界で使用されている熱処理法が使用不可能になる。本発明の合金の配合はこの点を勘案して選択する。即ちモリブデン、チタン、炭素、ほう素、ジルコニウム、バナジウムおよびタングステンの各含有量を減らすと溶解温度の低下を押え得、且他の特性にも悪影響を及ぼすことがないことが判明している。

ずれも冷却速度を極めて早くすることはできず、一方冷却速度を必要以上に遅くしたときも所定の過飽和状態を得れない。

溶液熱処理および過飽和冷却を受けた単結晶合金製品はエージング処理してガンマ・ブライム相沈澱物をガンマ相母材内に沈澱する。このエージング熱処理は塗布処理と組み合わせて行なうことができる。上述のようにガスタービン部材には通常使用前に耐腐蝕性且耐酸化性の被膜を塗布する。通常の塗布処理では、製品を約4時間の間約  $1,950^{\circ}\text{F}$  (約  $1066^{\circ}\text{C}$ ) まで加熱する必要がある。この熱処理によりガンマ・ブライム相の沈澱物の一部をガンマ相母材内に沈澱させるので一部エージング熱処理を行なうことになる。このエージング熱処理は塗布工程とは別に更に高温に晒すことによつても実行可能である。 $1950^{\circ}\text{F}$  (約  $1066^{\circ}\text{C}$ ) で4時間の熱処理後に、更に約  $1,600^{\circ}\text{F}$  (約  $871^{\circ}\text{C}$ ) で約20時間熱処理し充分にエージングする。この場合エージング熱処理は上記の範囲に限定するものではなく、所定の体積分率のガンマ

後述の実験例から理解されるように、ガンマ・ブライム相の溶解温度と合金の溶解温度との差のいわゆる「熱処理窓 (heat treat window)」は少なくとも  $15^{\circ}\text{F}$  (約  $8.3^{\circ}\text{C}$ ) に好ましくは約  $50^{\circ}\text{F}$  (約  $28^{\circ}\text{C}$ ) 以上にする。鑄造による単結晶合金製品の好ましい熱処理法によれば、製品を約  $2,415^{\circ}\text{F}$  (約  $1324^{\circ}\text{C}$ ) で約3時間の間溶液熱処理して、凝固中に生成されたガンマ・ブライム相沈澱物をガンマ相母材中に溶解する。この溶液熱処理はガンマ・ブライム相の溶解温度と溶解温度との間の熱処理窓内の任意の温度で達成できる。温度を上げると熱処理時間が短縮されるが、熱処理温度は通常熱処理装置の誤差限界となるような最大レベルまでは上げることができない。熱処理が完了した後、溶液熱処理された単結晶合金製品を冷却して母材をガンマ・ブライム相をなす元素で過飽和状態にする。所定の過飽和状態を得るのに、アルゴンを用いた急速ファンにより約  $1,000^{\circ}\text{F}$  (約  $538^{\circ}\text{C}$ ) 以下まで冷却すれば充分であることが判明している。市販の熱処理炉ではい

・ブライム相の沈澱物をガンマ相母材内に過飽和熱処理により沈澱させる他の好適な方法によつても実施し得る。

例えば凝固した単結晶の微細構造には、不均等なガンマ・ブライム相粒子とガンマ・ブライム相の共融領域とが含まれる。溶液熱処理により、不均等なガンマ・ブライム相粒子およびガンマ・ブライム相の共融領域のほとんどすべてをガンマ相母材内に溶解させる。次のエージング処理により、ほぼ均等な形状且幾分一様なサイズのガンマ・ブライム相沈澱物をアレイ状に沈澱させる。第2図に示されるガンマ・ブライム相沈澱物のサイズは約  $0.3 \sim 0.7 \mu\text{m}$  程度になっている。

本発明に沿つて作成した合金においては、所定量の元素が最適に決められる。好ましい単結晶合金製品の配合は、約4.6～約5.6重量%のクロム、約9.7～約10.3重量%のコバルト、約1.4～約2.0重量%のモリブデン、約4.8～約5.2重量%のタングステン、約2.8～約3.2重量%のレニウム、約5.3～約5.7重量%のアルミニウム、約

0.5 ～ 約 1.0 重量%のチタン、約 8.0 ～ 約 9.0 重量%のタンタル、約 0.08 ～ 約 0.12 重量%のハフニウム、残りがニッケルにされ、モリブデンとタングステンとレニウムとの和が約 8.4 ～ 約 10.4 重量%にされ、アルミニウムとチタンとタンタルとの和が約 13.8 ～ 約 15.7 重量%にされ、且実質的にバナジウム、炭素、ほう素およびジルコニウムを含めないように構成される。単結晶合金の配合をこの好ましい範囲にすることにより、従来の単結晶合金製品に比べ優れたクリープ特性および相安定性を得ることができる。

最適の特性が得られる本発明の最適の配合物によれば、約 4.8 重量%のクロム、約 10.0 重量%のコバルト、約 1.5 ～ 約 2.1 重量%のモリブデン、約 4.8 重量%のタングステン、約 2.9 重量%のレニウム、約 5.2 ～ 約 5.5 重量%のアルミニウム、約 0.5 ～ 約 1.1 重量%のチタン、約 8.0 ～ 約 9.0 重量%のタンタル、約 0.10 重量%のハフニウムおよび残りがニッケルからなり、アルミニウムとチタンとタンタルとの和は約 15.0 重量%を超えず、

表 1

合金構成 (重量%)

合金	Cr	Co	Mo	W	Re	Ru	Al	Ti	Ta	Hf	Ni	残
A	5.61	9.9	1.53	5.05	2.90	-	5.34	1.03	8.1	0.10	-	-
B	5.65	9.9	2.08	5.10	2.94	-	5.45	0.52	8.7	-	-	-
C	5.56	10.0	1.50	5.09	2.90	-	5.29	0.52	9.0	0.10	-	-
D	5.51	9.8	1.58	5.08	1.95	1.5	5.46	1.06	7.8	-	-	-
E	5.62	9.9	2.02	5.07	1.94	1.2	5.47	0.52	8.4	0.18	-	-
F	5.60	10.1	1.62	5.13	1.86	2.0	5.56	0.51	8.5	0.13	-	-
G	5.59	9.9	1.69	5.08	2.52	0.6	5.40	0.75	8.4	0.07	-	-
H	5.76	10.6	2.00	5.48	2.59	-	5.81	1.02	9.6	0.11	-	-
I	5.91	10.5	1.49	4.51	3.42	-	5.81	1.01	9.8	0.10	-	-
J	5.32	10.1	1.79	4.73	3.05	-	5.51	0.75	9.3	0.10	-	-
K	4.71	9.9	1.93	4.85	2.92	-	5.39	1.00	8.3	0.09	-	-
L	5.21	10.1	2.00	4.95	2.89	-	5.57	0.79	7.7	0.08	-	-
M	5.84	10.6	1.75	5.00	3.01	-	5.81	1.02	9.7	0.10	-	-

且バナジウム、炭素、ほう素およびジルコニウムを含めない。

本発明により好適に配合された製品は上述したように合金から単結晶合金製品を作成し更に溶液熱処理およびエージング熱処理して作成される。

#### 実験例 1

表 1 の含有量の合金を作成した。

以下余白

単結晶合金製品を各合金を型に注入し鋳造して作成した。各型で多くの製品、特に直径  $5/8$  インチ (約 1.59 cm) で長さ 4.5 インチ (約 11.4 cm) のテスト棒 20 本と第 1 図とはほぼ同様な構造のガスタービンの羽根 4 個とを作成した。型に注入した液状の金属合金は上述した勾配凝固法により単結晶として凝固した、即ち型を合金の溶融温度より高い温度で運転されている炉内に水で冷却したブロック上に置く。合金を完全に溶融させた後型を炉から取り出し、型内の金属をブロックと隣接した部分から一方向に次第に凝固せしめる。凝固後型を冷却し、外して鋳造金属製品を取り出す。

各合金サンプルを多様の温度に加熱し、ガンマ・ブライム相の溶解温度および溶融温度に相当する初相溶融温度を決定した。表 2 にその結果および熱処理態を示す。

以下余白

表 2

合金	共融ガンマ・ブラ イム相の容積%	熱処理の結果		熱処理窓
		ガンマ・ブライ ム相の溶解温度	初期溶解温度	
A	11.0	2390	2425	+35
B	10.6	2375	2435	+60
C	9.7	2375	2435	+60
D	11.6	2375	2435	+60
E	10.1	2375	2435	+60
F	11.0	2375	2435	+60
G	10.7	2375	2435	+60
H	20.5	2400	2415	+15
I	20.7	2415	2435	+20
J	13.6	2390	2435	+45
K	11.8	2375	2440	+65
L	11.1	2375	2440	+65
M	20.6	2400	2415	+15

(すべて温度は°Fで表わされている)

処理窓は 20°F (約 11.1°C) より大きい。産業上の現場サイドから見れば翼の溶液処理上熱処理窓は大きいことが望ましいことは上述した通りである。ガンマ・ブライム相を構成するアルミニウム、チタン、タンタル等の元素の組合せにより従来と異なり熱処理窓は大きく影響を受ける。本発明においては、アルミニウムとチタンとタンタルとの和を 15.7 重量% に制限することにより、共融相の体積分率を確実に約 15 容量% 以下に、ガンマ・ブライム相の体積分率を確実に約 65 ~ 約 70 容量% 以内にす。

合金 A, B, C, K のような好ましい合金は約 2390°F ~ 約 2415°F (約 1310 ~ 約 1324°C) の範囲内で溶液熱処理し、最大溶液温度として 2415°F (約 1324°C) を選定した。この選定により合金 H, M においては僅かに初期溶解が生じるものと考えた。残りのテストサンプルはアルゴン雰囲気内において 2415°F (約 1324°C) で 3 時間溶液処理し、次に急速アルゴンファンにより 1000°F (約 538°C) 以下まで冷却して過飽和状

単結晶スーパーアロイのクリープ強度および応力に対する破断強さは溶液熱処理により粗い冷却ガンマ・ブライム相を溶解することによつて得られる。表 2 に示される本発明の合金の熱処理窓は少なくとも 15°F (約 8.3°C) 以上となつている。これは能力上市販の熱処理炉を使用できる範囲と考えられる。この点において本発明の合金は従来のものに比べ優れていることが理解されよう。例えば米国特許第 4,371,404 号による合金 231 の熱処理窓は 5°F (約 2.8°C) であり、このため市販の炉により溶液熱処理を行なうことが不可能であつたが、本発明によればこの問題が解決される。

更に表 2 に示す合金 H, I, M は所定の配合の範囲外であり熱処理窓が相対的に小さい場合である。また合金 J, L のタンタル含有量はタンタルの所定の範囲外にあるが、にもかかわらずその熱処理窓は合金 H, I, M より大になつている。この結果は例えば凝固した構造内に存在する共融ガンマ・ブライム相の体積分率と関係がある。表 2 に示される合金の共融相は約 15 容量% 以下であり、熱

態のガンマ相母材を生成した。このサンプルを取り出し結晶評価をし、溶液熱処理により共融ガンマ・ブライム相のほとんどすべてが溶液内に置かれたか否かを決定した。予期したように、合金 H, M は幾分初期溶解を生じていた。

溶液熱処理および冷却処理後、テストサンプルを実際には塗布しなかつたが熱処理した上塗布工程をシミュレートした。この場合、テストサンプルを約 1950°F (約 1066°C) まで 4 時間加熱した。次にテストサンプルをアルゴン雰囲気中において 1600°F (約 871°C) で 20 時間エージング処理した。この結果は、溶液処理およびエージング処理後の単結晶の代表的微細構造の写真を示す第 2 図から明らかであろう。ガンマ・ブライム相沈降物は少なくとも約 65 容量% を占め、ほぼ立方体状の形態をなし、この立方体の一縁部に沿つた寸法は約 0.3 ~ 約 0.7 μm であつた。

#### 実験例 2

実験例 1 で溶液処理およびエージング処理して作成した単結晶製品のサンプルの機械的特性を判

別すべくテストした。直径 0.160 インチ (約 0.406 cm)、全長 2 インチ (約 5.08 cm) の円筒形にテストサンプルを加工しクリーブ破断テストを行なった。表 3 には 1800°F (約 982°C) で平方インチ当たり 36000 ポンド (約  $2.5 \times 10^3 \text{ Kg/cm}^2$ ) の荷重によりクリーブ破断テストを行なった結果を示してある。テストは所定の温度の炉内に置いたサンプルに死荷重を与えて行なった。

以下余白

表 3  
1800°F、平方インチ当たり、36,000 ポンドでのクリーブ破断テストの結果

合金	サンプル番号	1%および2%クリーブに対する時間 (単位時間)	破断寿命 (時間)	%伸び	%破断
A	A-3	70.0	188.0	28.5	35.3
	A-4	85.0	183.5	20.6	35.4
B	B-3	67.0	178.7	23.2	30.5
	B-4	66.0	181.5	24.0	32.5
C	C-3	70.0	180.4	25.4	39.7
	C-4	65.0	177.9	21.9	36.5
D	D-3	11.0	141.5	23.9	35.5
	D-4	46.0	140.4	20.4	33.4
E	E-3	26.0	152.5	35.6	39.5
	E-4	33.0	150.8	26.2	39.1
F	F-3	42.5	136.0	29.1	41.8
	F-4	32.5	138.4	34.3	35.8
G	G-3	58.0	162.3	21.1	34.1
	G-4	56.0	151.3	25.2	33.2
H	H-3	47.0	131.1	25.1	28.4
	H-4	47.0	136.4	21.9	34.5
I	I-3	109.0	233.7	26.5	33.6
	I-4	71.5	232.7	30.8	29.6
J	J-3	51.0	194.8	28.7	34.7
	J-4	49.0	199.4	27.6	34.7
K	K-3	37.0	148.6	24.0	27.1
	K-4	35.5	139.3	22.8	25.0
L	L-3	34.5	131.4	31.6	36.6
	L-4	—(*)	124.2	25.0	37.4
M	M-3	87.0	197.7	26.3	32.3
	M-4	72.5	200.4	33.7	31.3

(\*)印は延伸計が故障を来たし測定不能

他のグループのサンプルに対しても、温度200  
0°F (約1093°C)で平方インチ当り18000ポ  
ンド(約 $1.24 \times 10^3 \text{ Kg/cm}^2$ )の引張荷重を与える点  
を除き同様のクリープ破断テストを行なった。そ  
の結果を表4に示す。

以下余白

表 4  
2000°F, 平方インチ当り18,000ポンドでのクリープ破断テストの結果

合金	サンプル番号	1×および2×グループに 対する時間(単位時間)	破断寿命 (時間)	%伸び	%破断
A	A-5	-(*)	249.9(+)	-	-
	A-6	14.0	290.3	10.3	28.4
B	B-5	18.0	314.1	14.1	23.8
	B-6	17.5	328.7	14.8	24.5
C	C-5	85.0	229.1	12.4	21.1
	C-6	114.5	224.4	11.6	29.5
D	D-5	18.5	130.1	14.7	20.6
	D-6	47.0	115.3	13.5	22.8
E	E-5	22.5	205.4	7.1	20.8
	E-6	26.5	230.7	8.8	23.7
F	F-5	10.0	105.6	24.8	31.4
	F-6	27.0	110.2	16.5	29.3
G	G-5	27.0	211.7	11.2	23.9
	G-6	22.0	73.5	30.1	34.4
H	H-5	24.5	77.4	26.0	33.4
	H-6	89.0	189.1	30.3	31.4
I	I-5	-(*)	177.1	24.7	30.6
	I-6	-(*)	251.4	11.3	26.3
J	J-5	51.0	364.6	14.5	24.1
	J-6	32.5	138.4	21.6	30.3
K	K-5	30.5	125.4	13.1	28.4
	K-6	54.0	145.3	14.8	30.1
L	L-5	32.0	146.5	10.9	28.4
	L-6	35.5	136.5	29.8	36.4
M	M-5	59.0	129.6	31.8	35.5
	M-6				

(\*)印は延伸計が故障を来たし測定不能。

(+)印は表示時間でアダプタからサンプルが外れて測定不能。

2,000°F (約1093°C)で18,000 psi (約 $1.24 \times 10^3 \text{ kg/cm}^2$ )の時の合金Hの破断寿命は初期溶融のため他の合金に比べ低くなっている。

またクリーブ破断テストを周知の如く方向性を持たせて凝固させたタービン羽根材 DB Mar-M 247 に対しても比較のため行なつた。この方向性凝固された柱状粒子からなるサンプルは2230°F (約1222°C)で3時間溶液熱処理し、次に1600°F (約871°C)で20時間エージング処理した。DB Mar-M 247 のクリーブ破断テスト結果を表5に示す。

表 5

DB Mar-M 247 のクリーブ破断テストの結果

サンプル	条件	1×および2×クリーブに対する時間 (単位時間)		破断 寿命 (時間)	% 伸び	% 破断
M-2	1800°F- 36,000 psi	8.3	17.2	39.7	24.6	38.4
M-3	1800°F- 36,000 psi	7.9	14.0	32.4	28.5	48.7
M-6	2000°F- 18,000 psi	4.0	10.4	20.4	29.6	59.7

デンとタングステンとレニウムとの和の許容限界値をボックスを区画する線で示す領域に選定する。また第3図には相安定領域とシグマ相領域とを区分する境界線も示してある。ここで第3図にはクロムとコバルトとの和が15.5重量%の単結晶スーパーロイ配合物の相安定領域を示してあり、合金Aのような配合物は境界線の左側に位置することになり、相安定である。

一方第4図は第3図とほぼ同一であるが、相安定領域とシグマ相領域との境界をクロムとコバルトとの和をパラメータとして示している。クロムとコバルトとの和が減少するに依り相安定領域が増大する。合金H, I, Mの配合物は夫々の相安定境界線の右側に位置するから、相不安定である。第4図から相安定な合金を有効に判別し得よう。この判別手順を以下に説明する。

まずクロムとコバルトとの和を計算し、次に第4図に相当する相安定境界線を定める。次いでアルミニウムとチタンとの和およびモリブデンとタングステンとレニウムとの和を計算し、第4図に

本発明の合金と同一条件下のDB Mar-M 247 のクリーブ破断テストの結果と比較すれば、本発明の合金の方がDB Mar-M 247 に比べ大巾に優れていることは理解されよう。

### 実験例 3

実験例1で作成した各合金サンプルを1800°F (約982°C)で運転中の炉内に500時間置いた。次にこのサンプルを切断し断面部を光鏡検査法により評価した。クリーブ破断テストを行なつた実験例2で示されるサンプルも切断して断面部を検査した。いずれの場合も合金の相安定性を維持するようにした。

ルテニウムを含む例えば合金D, E, F, Gはシグマ相を示さなかつた。好ましい実験例による合金の相は安定していたが、一方合金H, I, Mはシグマ相沈澱物に対し不安定であつた。本発明の合金の相安定性を得るため第3図および第4図に示すような配合を行なう。

即ち第3図を参照すれば明らかなように、アルミニウムとチタンとタンタルとの和およびモリブ

合金配合物を表わす点を定める。第3に、配合物を表わす点が相安定境界線の左側にあれば、その配合物は相安定であると判別する。

この最適の合金の選別法はこの方法若しくは同様の相不安定性を避ける方法が従来存在しないのでユニークである。この配合物の境界線を基準として合金の相安定性の許容範囲が判別され得、これは合金の機械的特性を判断する上で極めて重要であることが理解されよう。

### 実験例 4

合金A, B, Cのテストサンプルおよび他の単結晶合金のテストサンプル(CMBX-2+Hf)上に低圧プラズマ溶射法により被覆を施こした。CMBX-2+Hfはヨーロッパ特許第005 2911号に開示された単結晶スーパーロイであり、主にガスタービンエンジン分野に用いている。テストは被覆サンプルに対し2200°F (約1204°C)で57分間反復して熱を与え、その後3分間エヤを送風して急冷することにより実行した。その結果を表6に示す。表6から本発明の被覆合金の耐酸化性が周知

合金のものより優れていることが理解されよう。

表 6

被覆合金の耐酸化性テストの結果

合金	サンプル番号	テスト時間 (単位時間)	結果
A	A-1	200	合格
B	B-2	250	不合格
C	C-2	206	〃
CMSX-2+Hf	Z-101	140	〃
	840X-1	150	〃

#### 実験例 5

上記実験例で挙げた合金は重さ 35 ポンド (約 16 Kg) の小さな実験用加熱合金として作成した。実験例 5 では、重さ 500 ポンド (約 227 Kg) の一個の加熱合金を溶融した。この加熱合金の化学的配合 (すべて単位は重量%) は、Cr 4.8%、Co 10.0%、Mo 1.63%、W 4.8%、Re 2.95%、Al 5.5%、Ti 0.72%、Ta 8.1%、Hf 0.10%、残りが Ni であつた。従つて Cr と Co の和、Mo と W と Re の和および Al と Ti と Ta との和が夫々 14.8%、

次の表 8 から本発明の単結晶合金は従来のものに比べ優れていることが理解されよう。

表 8

応力破断寿命 (時間) の比較

合金		テスト条件	
		1800 °F- 36,000 psi	2000 °F- 18,000 psi
392	(英国特許第1,557,900号)	120	89
	(英国特許第1,562,082号)		
A	(米国特許第4,388,124号)	80	62
E	(米国特許第4,388,124号)	89	130
実験例 5	本発明	230	318

本発明による合金は先行特許による合金に比べ応力破断寿命が大巾に優れていることは表 8 から容易に理解されよう。

(発明の効果)

本発明によればガスタービンの羽根若しくは翼のようなニッケルを主成分とする最適の単結晶合金製品を容易に作成し得、且ニッケルを主成分とする周知の単結晶合金製品に比べ機械的特性、相安定性および耐環境性が優れる等々の顕著な効果

9.38%および14.3%となつていた。

第4図から、この加熱合金を表わす点は Cr と Co との和が 14.8 重量% の場合の相安定境界線の左側にあることが理解されよう。従つてこの合金は相安定であると考えられ、これは応力破断テストで破断したサンプル内にシグマ相が存在しないことにより確認された。応力破断テストは例えば実験例 2 で 2415 °F (約 1324 °C) で溶液処理しエージング処理した単結晶テスト棒を加工して得られたサンプルに対し行なつた。

表 7 には実験例 2 の合金と同様の応力破断テストの結果を示す。

表 7

応力破断テストの結果

サンプル	条件	破断寿命 (時間)	% 伸び	% 破断
292A	1800 °F-36,000 psi	222.9	30.1	37.4
292B	1800 °F-36,000 psi	237.9	35.7	36.4
292C	2000 °F-18,000 psi	302.8	9.5	18.7
292D	2000 °F-18,000 psi	333.1	22.8	26.1

を達成する。

尚、本発明は上述の実験例に限定されるものではなく、特許請求の範囲の技術的思想に含まれる均等物を包有するものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を適用するタービンの羽根の斜視図、第2図は本発明の一実施例に従い作成された単結晶合金の断面写真を示す図、第3図はクロムとコバルトとの和が 15.5 重量% の合金の相安定領域を説明する図、第4図はクロムとコバルトとの和が多様の割合で含まれる合金の相安定領域を説明する図である。

10 … 羽根、12 … 根部、14 … 翼部

特 許 出 願 人

ザ ギヤレット コーポレーション

代理人 弁理士 高 山 敏





FIG. 1

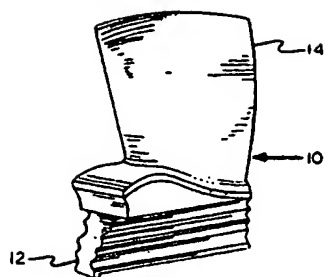


FIG. 2

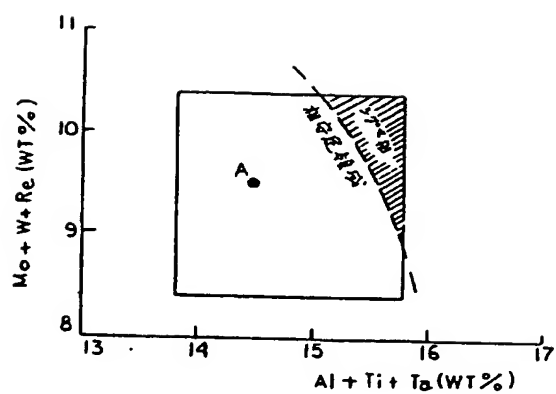
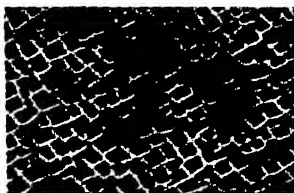


FIG. 3

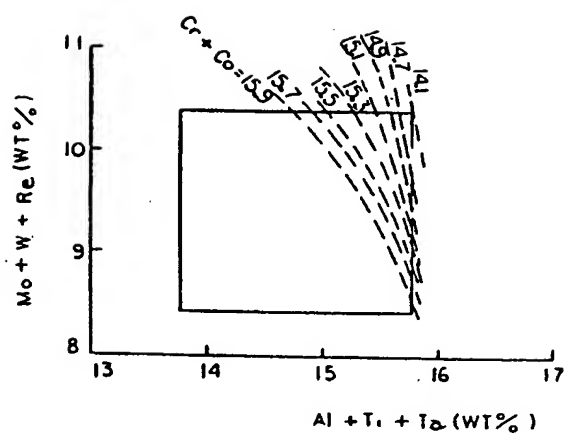


FIG. 4